

PAT-NO: JP02002274949A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2002274949 A

TITLE: PROCESS FOR PRODUCING ALUMINUM NITRIDE CERAMIC, AND
ALUMINUM NITRIDE CERAMIC PRODUCED THROUGH THIS PROCESS

PUBN-DATE: September 25, 2002

INVENTOR-INFORMATION:

| | |
|------------------|---------|
| NAME | COUNTRY |
| KAI, AYAKO | N/A |
| MIKI, TOSHIKATSU | N/A |
| JOKO, NAOJI | N/A |

ASSIGNEE-INFORMATION:

| | |
|--|---------|
| NAME | COUNTRY |
| YAMAGUCHI TECHNOLOGY LICENSING ORGANIZATION LTD | N/A |

APPL-NO: JP2001080444

APPL-DATE: March 21, 2001

INT-CL (IPC): C04B035/581, C04B035/64

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a process for producing high-density, inexpensive aluminum nitride ceramics and the aluminum nitride ceramics produced through this process.

SOLUTION: In the process, ≥97 wt.% aluminum nitride powders are subjected to discharge plasma sintering in a nitrogen atmosphere. The process contains steps wherein aluminum nitride powders are filled in a mold made of an electrically conductive material, the atmosphere is replaced with nitrogen, the aluminum nitride powders filled in the mold are heated to a predetermined temperature while being pressurized in a vertical direction, and the aluminum nitride powders heated to the predetermined temperature is subjected to discharge plasma sintering at an elevated temperature while being pressurized in a vertical direction.

COPYRIGHT: (C)2002,JPO

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-274949
(P2002-274949A)

(43) 公開日 平成14年9月25日 (2002.9.25)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テ-コ-ト* (参考) |
|---------------------------|------|---------------|-------------------|
| C 0 4 B 35/581 | | C 0 4 B 35/58 | 1 0 4 U 4 G 0 0 1 |
| 35/64 | | 35/64 | E |
| | | | H |

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2001-80444 (P2001-80444)

(22) 出願日 平成13年3月21日 (2001.3.21)

(71) 出願人 800000013

有限会社 山口ティ-エル-オー
山口県宇部市東梶返1丁目10番8号 常盤
工業会館内

(72) 発明者 甲斐 綾子

山口県宇部市常盤台2丁目16番1号 山口
大学工学部

(72) 発明者 三木 俊克

山口県宇部市常盤台2丁目16番1号 山口
大学工学部

(74) 代理人 100080539

弁理士 高木 義輝

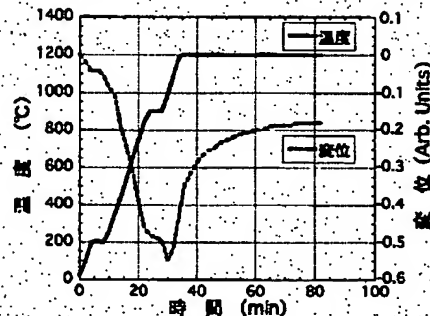
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化アルミニウムセラミックスの製造方法及びその方法で製造された窒化アルミニウムセラミックス

(57) 【要約】

【課題】 高密度且つ安価な窒化アルミニウムセラミックスを製造する方法及びその方法で製造された窒化アルミニウムセラミックスを提供することを目的とする。

【解決手段】 97重量%以上の窒化アルミニウム粉体を、窒素雰囲気中で放電プラズマ焼結する製造方法であり、窒化アルミニウム粉体を導電性の材質からなる型に充填する工程と、雰囲気窒素を窒素置換する工程と、型に充填した窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ所定の温度まで昇温する工程と、所定の温度まで昇温させた窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ高温雰囲気下で放電プラズマ焼結させる工程とを含む製造方法である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 97重量%以上の窒化アルミニウム粉体を、窒素雰囲気中で放電プラズマ焼結する窒化アルミニウムセラミックスの製造方法。

【請求項2】 前記窒化アルミニウムセラミックスの製造方法は、前記窒化アルミニウム粉体を導電性の材質からなる型に充填する工程と、雰囲気窒素置換する工程と、型に充填した該窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ所定の温度まで昇温する工程と、所定の温度まで昇温させた該窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ高温雰囲気中で放電プラズマ焼結させる工程とを含むことを特徴とする請求項1記載の窒化アルミニウムセラミックスの製造方法。

【請求項3】 前記窒化アルミニウム粉体は、平均粒径が0.5～2 μ mの粉体である請求項1又は請求項2記載の窒化アルミニウムセラミックスの製造方法。

【請求項4】 前記窒化アルミニウム粉体を充填する型は、グラファイト製の型である請求項2又は請求項3記載の窒化アルミニウムセラミックスの製造方法。

【請求項5】 前記窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ所定の温度まで昇温する工程は、温度上昇に伴う該窒化アルミニウム粉体からのガス放出を容易にするため、昇温途中で一定温度に保持する工程を中間に含む工程である請求項2乃至請求項4のいずれかに記載の窒化アルミニウムセラミックスの製造方法。

【請求項6】 前記窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ昇温する所定の温度は、1100℃～1300℃である請求項2乃至請求項5のいずれかに記載の窒化アルミニウムセラミックスの製造方法。

【請求項7】 前記加圧の圧力は、0.6～1tf/cm²である請求項2乃至請求項6のいずれかに記載の窒化アルミニウムセラミックスの製造方法。

【請求項8】 請求項1乃至請求項7のいずれかに記載の窒化アルミニウムセラミックスの製造方法により製造された窒化アルミニウムセラミックスであって、焼結体密度が理論密度の90%以上である窒化アルミニウムセラミックス。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、窒化アルミニウムセラミックスの製造方法に係わり、特に、高密度の窒化アルミニウムセラミックスの製造方法及びその方法で製造された窒化アルミニウムセラミックスに関する。

【0002】

【従来の技術】 窒化アルミニウムセラミックスは、高い熱伝導性と絶縁性を示し、熱膨張率がSi及び化合物半導体に近く、毒性が無いという優れた特性を有し、放熱基板材料として広く実用されている。また、将来的に高品質で安価な窒化アルミニウムセラミックスの製造方法が確立されれば、現在利用されている放熱基板材料として

だけではなく、光学材料や電子材料など多方面への応用が可能になると期待されている。

【0003】かかる窒化アルミニウムセラミックスは、一般的に、窒化アルミニウム粉体に粉体表面の融点を下げるために焼結助剤を添加し、プレス等の成形手段によって成形し、次いで電気炉中で、高密度の窒化アルミニウムセラミックスを得るため、1800℃程度の高温で焼結されている。

【0004】然しながら、上記の一般的な窒化アルミニウムセラミックスの製造方法は、焼結助剤を必要とすること、高温焼結する必要があることなどにより、得られる窒化アルミニウムセラミックスが高価になるという問題がある。

【0005】このような問題点を解決する技術として、放電プラズマ焼結法を用いて焼結する方法があり、例えば、粉体材料を等方的に加圧して圧粉体を製造し、この圧粉体を放電プラズマ焼結する方法（特開2000-128648号 焼結体の製造方法）が開示されているが、この従来技術では、粉体材料を等方的に加圧して圧粉体を製造する前工程が必要であり、得られる窒化アルミニウムセラミックスが高価になるという問題が十分には解決されていない。

【0006】また、窒化アルミニウムセラミックスの製造方法ではないが、アルミナ粉体の少なくとも40%を非晶質化し、又はアルミナ粉体の少なくとも40%を粒径1～50nmに超微細化し、次に放電プラズマ焼結して高密度アルミセラミックスを製造する方法（特開2001-002462号 高密度アルミセラミックスの製造方法）が開示されている。この従来技術では、粉体を高エネルギーボールミル等により超微細化する前工程が必要であり、得られるセラミックスが高価になるという問題がある。また、この従来技術を窒化アルミニウムセラミックスの製造に適用した場合、粉体を超微細化することにより粉体表面の酸化層の割合が増大し、むしろ、製造した窒化アルミニウムセラミックスの品質が低下するという問題がある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上述した状況に鑑みなされたもので、高密度かつ安価な窒化アルミニウムセラミックスを製造する方法及びその方法で製造された窒化アルミニウムセラミックスを提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】 上記の課題を解決するため、本発明の窒化アルミニウムセラミックスの製造方法は、97重量%以上の窒化アルミニウム粉体を、窒素雰囲気中で放電プラズマ焼結する製造方法である。

【0009】また、前記の窒化アルミニウムセラミックスの製造方法は、窒化アルミニウム粉体を導電性の材質からなる型に充填する工程と、雰囲気窒素置換する工

程と、型に充填した窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ所定の温度まで昇温する工程と、所定の温度まで昇温させた窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ高温雰囲気下で放電プラズマ焼結させる工程とを含む製造方法である。

【0010】窒化アルミニウム粉体は、本発明を限定するものではないが、平均粒径が $0.5\sim 2\mu\text{m}$ の粉体が好ましく、また、窒化アルミニウム粉体を充填する型は、グラファイト製とするのが好ましい。

【0011】また、窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ所定の温度まで昇温する工程は、温度上昇に伴う窒化アルミニウム粉体からのガス放出を容易にするため、昇温途中で一定温度に保持する工程を中間に含む工程とするのが好ましい。

【0012】さらに又、窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ昇温する所定の温度は、 $1100^{\circ}\text{C}\sim 1300^{\circ}\text{C}$ とするのが好ましく、前記加圧の圧力は、 $0.6\sim 1\text{tf}/\text{cm}^2$ とするのが好ましい。

【0013】前記の製造方法は、焼結体密度が理論密度の90%以上である高密度の窒化アルミニウムセラミックスを提供する。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明は、発明者らが永年にわたり取組んできた半導体熱電エネルギー変換システムの研究成果に基づきなされたものであり、特に、半導体熱電エネルギー変換システムの放熱基板材料として使用されている窒化アルミニウムセラミックスの優れた特性に着目し、高品位且つ安価な窒化アルミニウムセラミックスを製造する方法を提供し、更には、光学材料や電子材料など多方面への応用が可能な窒化アルミニウムセラミックスを提供しようとするものである。

【0015】本発明は、焼結法として優れた特長を有する放電プラズマ法を窒化アルミニウムセラミックスの製造に採用し、更に、その製造に好適な焼結条件を見出してこれを完成させたものである。

【0016】放電プラズマ焼結法は、粉体材料の粒子間隙に直接パルス状の電気エネルギーを投入し、火花放電により瞬時に発生する高温プラズマの高エネルギーを熱拡散・電解拡散等へ効果的に応用することにより、熱平衡状態に達する前に粒子間に先ず局所的なネック接合を効率良く形成し、それを安定な結合に成長させ、昇温・保持時間を含め $5\sim 60$ 分程度で焼結或いは焼結接合を可能とする技術である。このような放電プラズマ焼結法によれば、通常、粉体表面の融点を下げるために用いられる焼結助剤なしに、低温での焼結が急速に進行して、粒子内組織の過大な成長が生じることもなく高密度の焼結体が形成できる。

【0017】放電プラズマ焼結装置は、一般的に、粉体材料を充填する導電性の材質からなる型（ダイ）と、ダイに嵌入される一対の導電性の材質からなるパンチを配

設して成り、ダイ内に粉体材料を充填し、充填した粉体材料をパンチで上下方向から加圧しつつ、パンチを介して直流のパルス電流の通電を開始して所定の温度（焼結温度）まで昇温して、焼結温度に達した後、その温度で所定時間保持することにより焼結体を形成するように構成されている。

【0018】本発明の窒化アルミニウムセラミックスを製造する方法は、かかる放電プラズマ焼結法を用いた製造方法であって、97重量%以上の窒化アルミニウム粉体を、窒素雰囲気中で放電プラズマ焼結する製造方法であり、粒子間隙の放電により生じる高エネルギーのプラズマにより粉体表面の酸化層を蒸発離散させて除去できるため、より高品質の焼結体を得ることができる。

【0019】また、窒素雰囲気中で焼結するため、窒素空孔が生じ難く高品質となる。即ち、窒素空孔は、フォノンを散乱するため熱伝導性が低下することに加え、電子や正孔の捕獲中心となり易く光照射による着色や劣化等の原因となり、また、窒素空孔の位置に吸着していた酸素が置換し、その酸素が不純物として内部に拡散していくなど、窒化アルミニウムセラミックスの品質に影響する重要な因子の一つであるが、窒素雰囲気中で焼結することにより窒素空孔が生じ難く、現在利用されている放熱基板材料としてだけではなく、光学材料や電子材料など多方面への応用が可能な高品質の窒化アルミニウムセラミックスを得ることができる。

【0020】本発明の製造方法は、製造工程の好ましい実施の形態として、窒化アルミニウム粉体をダイ、例えばグラファイト製のダイ、に充填する工程と、雰囲気窒素置換する工程と、ダイに充填した窒化アルミニウム粉体をパンチで上下方向から加圧しつつ焼結温度まで昇温する工程と、焼結温度まで昇温させた窒化アルミニウム粉体を上下方向から加圧しつつ高温雰囲気下で放電プラズマ焼結させる工程とを含むものである。

【0021】窒化アルミニウム粉体は、97重量%以上、望ましくは99重量%以上の高純度で、平均粒径が $0.5\sim 2\mu\text{m}$ の粉体が好ましく、更には平均粒径 $0.6\sim 1\mu\text{m}$ 程度が好ましい。このような粉体は市販されており容易に入手できるものである。なお、平均粒径をこれより小さくすると粒子表面の酸化層の割合が増え、大きくすると高密度の焼結体が得られ難く、いずれも品質上の問題が生じる。

【0022】窒化アルミニウム粉体の焼結温度は、 $1100^{\circ}\text{C}\sim 1300^{\circ}\text{C}$ とするのが好ましく、概ね 1200°C とするのが更に好ましい。焼結温度を下げると理論密度に対し90%以上という高密度の焼結体が得られ難くなる。例えば、 1000°C では、50～60%の焼結密度となり、 1100°C では、高密度の焼結体が得られるが、低密度となる場合もあり、歩留まりは70%程度となる。焼結温度を高くすれば、焼結密度は高くなるが、同時に大電力を必要とし経済性の問題が生じる。

【0023】窒化アルミニウム粉体を焼結温度まで昇温する工程では、温度上昇に伴う窒化アルミニウム粉体からのガス放出を容易にするため、昇温途中で一定温度に保持する工程を中間に設け、例えば、200℃と900℃で各5分間程度、昇温を中断するのが好ましい。

【0024】窒化アルミニウム粉体を加圧する圧力は、0.6~1tf/cm²とするのが好ましく、加圧圧力を下げると焼結密度が悪くなる。加圧圧力を大きくすると焼結時間を短縮できるが、装置が大型化し高価になる。

【0025】なお、保持時間は、本発明を限定するものではないが、30~40分が望ましい。

【0026】以上、詳細に説明した、本発明の窒化アルミニウムセラミックスを製造する方法の実施の形態によれば、焼結体密度が理論密度の90%以上である高密度の窒化アルミニウムセラミックスを得ることができる。

【0027】本発明の製造方法によれば、圧粉体製造、或いは粉体超微細化などの前工程を要さず、焼結助剤などの添加を要さず、低い焼結温度、且つ短い焼結時間で高純度窒化アルミニウム粉体を放電プラズマ焼結するため、高密度且つ安価な窒化アルミニウムセラミックスを得ることができる。

【0028】本発明の窒化アルミニウムセラミックスは又、高純度の窒化アルミニウム粉体を原料とし、焼結助剤などを含まず、原料粉体表面の酸化層が焼結に際し高エネルギープラズマにより蒸発離散除去され、更に窒素雰囲気中での焼結により窒素空孔が生じ難く、高純度且つ高品質である。

【0029】なお、ダイ及びパンチの形状を製造する最終製品の形に合わせて変えることによって、後の加工工程を省略、若しくは簡略化することができ、本発明をより効果的に実施することができる。

【0030】

【実施例】本発明の実施例を、以下、図により説明する。

【0031】最初に、図1及び図2により、放電プラズマ焼結装置について説明するが、特に本発明を限定するものではなく、公知のものである。

【0032】図1は、本発明の確認試験に使用した粉体封入用ダイとパンチの概略構成を示す構成図であり、図2は、本発明の確認試験に使用した放電プラズマ焼結装置の概略構成を示す構成図（チャンバー内）である。

【0033】放電プラズマ焼結は、ダイに充填された粉体を一對のパンチで加圧しながらパルス通電を行うことにより焼結体を製造するものであり、ダイは、粉体装入部を有する筒形状であって、両端に摺動可能に嵌入される円柱状のパンチが配置される。ダイ及びパンチの構造材料としては、例えば、炭素系材料（グラファイト、黒鉛等）、超硬合金等の導電性材料が用いられ、本確認試験で使用したものは、グラファイト製である。粉体の充填に際しては、パンチと粉体との癒着を防ぐため、パン

チの押圧面はカーボンシートで被覆される。

【0034】放電プラズマ焼結装置は、図2に示すように、真空チャンバーと、パンチを加圧し通電するための上下一對のパンチ電極、パルス電圧を発生する焼結用電源（図示省略）、パンチ電極を昇降駆動する油圧式の加圧駆動機構（図示省略）、真空ポンプ（図示省略）、これらを制御する制御部（図示省略）等を有し構成され、粉体を充填したダイ及び一對のパンチは、真空チャンバー内にセットされる。

【0035】真空チャンバー内は、一般的に、空気中の酸素、窒素、水等が粉体に含まれる金属粉末等と反応し焼結体に好ましくない影響を及ぼすのを避けるため、真空ポンプにより真空状態（減圧状態）とし、或いは真空置換により不活性ガス雰囲気とし、放電プラズマ焼結は、真空状態、或いは不活性ガス雰囲気中で行われる。

【0036】制御部は、ダイに設置された温度センサー（図2の熱電対）により検出される粉体温度が予め設定された昇温パターンに一致するように焼結用電源の出力を制御する。また、制御部は、加圧駆動機構や真空ポンプの駆動を制御する。

【0037】加圧駆動機構の作動によりパンチで上下方向から粉体を加圧しつつ、パンチを通してパルス電流を通電し焼結温度まで昇温して、焼結温度に達した後、その温度で所定時間保持することにより焼結体を形成する。電流の大部分は、上部パンチ電極→上部パンチ→ダイ→下部パンチ→下部パンチ電極の順に流れてジュール熱を発生し、粉体を外側から加熱するのに使われ、残りの電流が粉体を流れて粉体粒子間隙に火花放電が発生し、火花放電によって発生する放電プラズマの高エネルギーが熱拡散・電解拡散などへ効果的に利用され、粉体粒子は強固に結合される。印加するパルス電流の条件は、例えば、パルス比（非通電時間：通電時間）が1：1~12：1程度、電流出力1~1000A程度とすることができる。

【0038】次に、図3及び図4により、上記の放電プラズマ焼結装置を用いて行った、本発明による窒化アルミニウムセラミックスの製造方法の確認試験について説明する。

【0039】図3は、本発明の確認試験で使用した昇温パターンと実験中の粉体試料変位計測の実施例を示す模式図であり、図4は、本発明の確認試験で製造した窒化アルミニウムセラミックスの焼結体組織の実施例を示す走査電子顕微鏡写真である。

【0040】使用した窒化アルミニウム粉体は、トクヤマ社製のFタイプであり、純度99.0重量%、平均粒径0.6μmの高純度窒化アルミニウム粉体である。

【0041】先ず、上記の高純度窒化アルミニウム粉体0.3gをダイに詰め、上下からカーボンシートを敷いたパンチで挟み、これを図2に示すように、放電プラズマ焼結装置の真空チャンバー内の電極間にセットした。

【0042】次に、窒素雰囲気中で焼結するために、真空チャンバー内を0.01Torr以下の真空にした後、引続き真空ポンプで真空引きしながら、真空チャンバー内への純窒素ガスの供給を開始し、真空チャンバー内の圧力が0.01Torrになるように、供給窒素流量を調整した。

【0043】次に、ダイに充填した窒化アルミニウム粉体を、パンチで上下方向から0.8tf/cm²の圧力で加圧しつつ、図3に示すように、約50℃/minの昇温速度で昇温を開始し、途中、粉体からのガス放出を容易にするため、約200℃と約900℃とで、各5分間程度昇温を中断して、焼結温度である1200℃まで約34分で昇温した。

【0044】焼結温度である1200℃まで昇温させた後、引続き、上下方向から0.8 tf/cm²の圧力で加圧しつつ、その温度で40分間保持し放電プラズマ焼結を行った。

【0045】この間、図3に示すように、温度上昇と共に試料の変位は下降、即ち試料は膨張するが、1000℃付近から急激に試料の変位は上昇、即ち収縮し始め、焼結温度である1200℃で30～40分間保持することにより焼結が完了する。

【0046】以上のようにして作製した本発明の窒化アルミニウムセラミックスは、焼結体密度が理論密度の95.2%である高密度窒化アルミニウムセラミックスであり、その焼結体組織は、図4に示すように、粒径は原材料の窒化アルミニウム粉体と同程度の約1μmであり、殆ど粒界が成長せず、緻密な焼結体が形成されていることが分かる。

【0047】以上、本実施例によれば、圧粉体製造、或いは粉体超微細化などの前工程を要さず、焼結助剤などの添加を要さず、低い焼結温度、且つ短い焼結時間で高純度窒化アルミニウム粉体を放電プラズマ焼結するものであり、高密度（焼結体密度が理論密度の90%以上）且つ安価な窒化アルミニウムセラミックスを得ることができる。

【0048】また、得られた窒化アルミニウムセラミックスは、高純度の窒化アルミニウム粉体を原料とし、焼結助剤などを含まず、原料粉体表面の酸化層が焼結に際し高エネルギープラズマにより蒸発離散除去され、更に窒素雰囲気中での焼結により窒素空孔が生じ難く、高純度且つ高品質である。

【0049】以上、本発明の実施例を説明したが、特許請求の範囲で規定された本発明の精神と範囲から逸脱することなく、その形態や細部に種々の変更がなされても

良いことは明らかである。

【0050】例えば、ダイの粉体装入部及びダイに嵌入するパンチの断面形状は、焼結体の形状に応じて任意に選択することが可能であり、円形、楕円形、環形状、多角形等いかなる形状であっても良く、これらを最終的な製品の形状に応じたものとすることにより、切断など後工程が省略、或いは簡略化でき、さらに効果的に本発明を実施できる。

【0051】また、上記の実施例では、窒化アルミニウム粉体をトクヤマ社製のFタイプとしているが、当然にして、これは窒化アルミニウム粉体の一例であり、本発明を何ら限定するものでない。

【0052】さらに又、上記の実施例で示した焼結温度、加圧圧力、或いは保持時間なども、上記の窒化アルミニウム粉体を放電にプラズマ焼結させる好ましい条件として設定したものであり、これは使用する材料の特性などに合わせ変更可能な条件であり、本発明を限定するものではない。

【0053】

20 【発明の効果】本発明の製造方法は、97重量%以上の窒化アルミニウム粉体を窒素雰囲気中で放電プラズマ焼結する製造方法であって、圧粉体製造、或いは粉体超微細化などの前工程を要さず、焼結助剤などの添加を要さず、低い焼結温度、且つ短い焼結時間で高純度窒化アルミニウム粉体を焼結するため、高密度且つ安価な窒化アルミニウムセラミックスが得られる効果がある。本発明の窒化アルミニウムセラミックスは又、高純度の窒化アルミニウム粉体を原料とし、焼結助剤などを含まず、原料粉体表面の酸化層が焼結に際し高エネルギープラズマにより蒸発離散除去され、更に窒素雰囲気中での焼結により窒素空孔が生じ難く、高純度且つ高品質である効果がある。

【図面の簡単な説明】

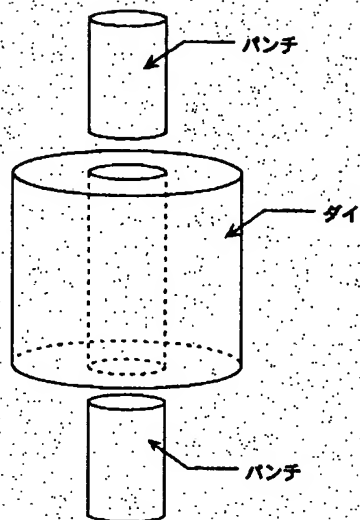
【図1】本発明の確認試験に使用した粉体封入用ダイとパンチの概略構成を示す構成図である。

【図2】本発明の確認試験に使用した放電プラズマ焼結装置の概略構成を示す構成図（チャンバー内）である。

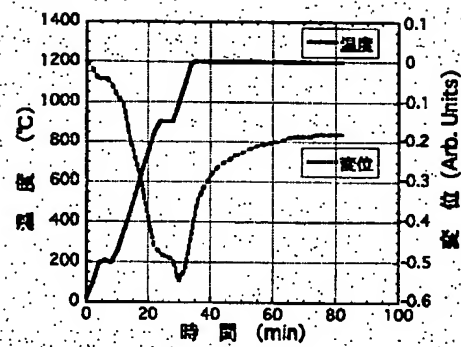
【図3】本発明の確認試験で使用した昇温パターンと実験中の粉体試料変位計測の実施例を示す模式図である。

40 【図4】本発明の確認試験で製造した窒化アルミニウムセラミックスの焼結体組織の実施例を示す走査電子顕微鏡写真である。

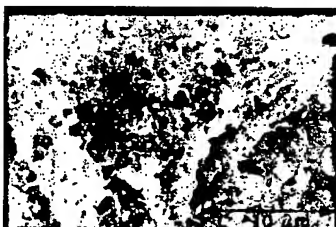
【図1】



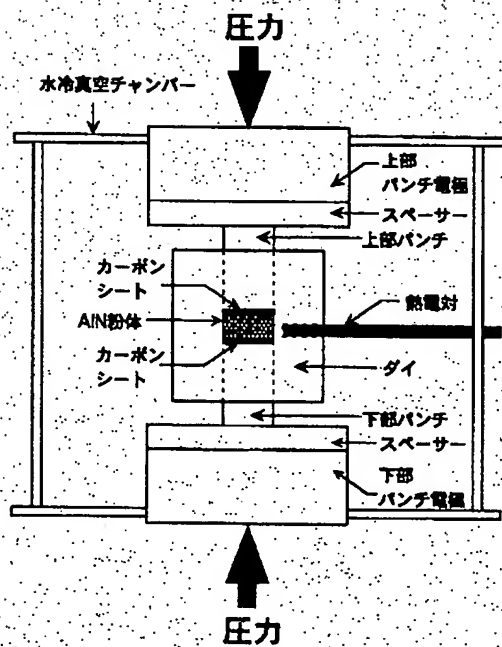
【図3】



【図4】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 上甲 直司
山口県宇部市常盤台2丁目16番1号 山口
大学工学部

Fターム(参考) 4G001 BA36 BB36 BC13 BC41 BC42
BC52 BC54 BC62 BD01 BE33

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.